

# ID N° 15108 - DiVA-Method: Constant Rate Measurement

**Water - Series: 4. dest 03/10 (airfree)**

Sample of small blue Duran-bottle. Filled hot, gasfree sealed. Just Opened

Sample/Ref.: **Wasser**

Results at **25,0°C**

**Viscosity:**  $\eta (100s^{-1}) = 0,892 \pm 0,010 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ,  $\nu = 0,895 \pm 0,010 \text{ mm}^2/\text{s}$

**Density:**  $\rho = 0,99706 \pm 0,00009 \text{ g/cm}^3$

**Report**

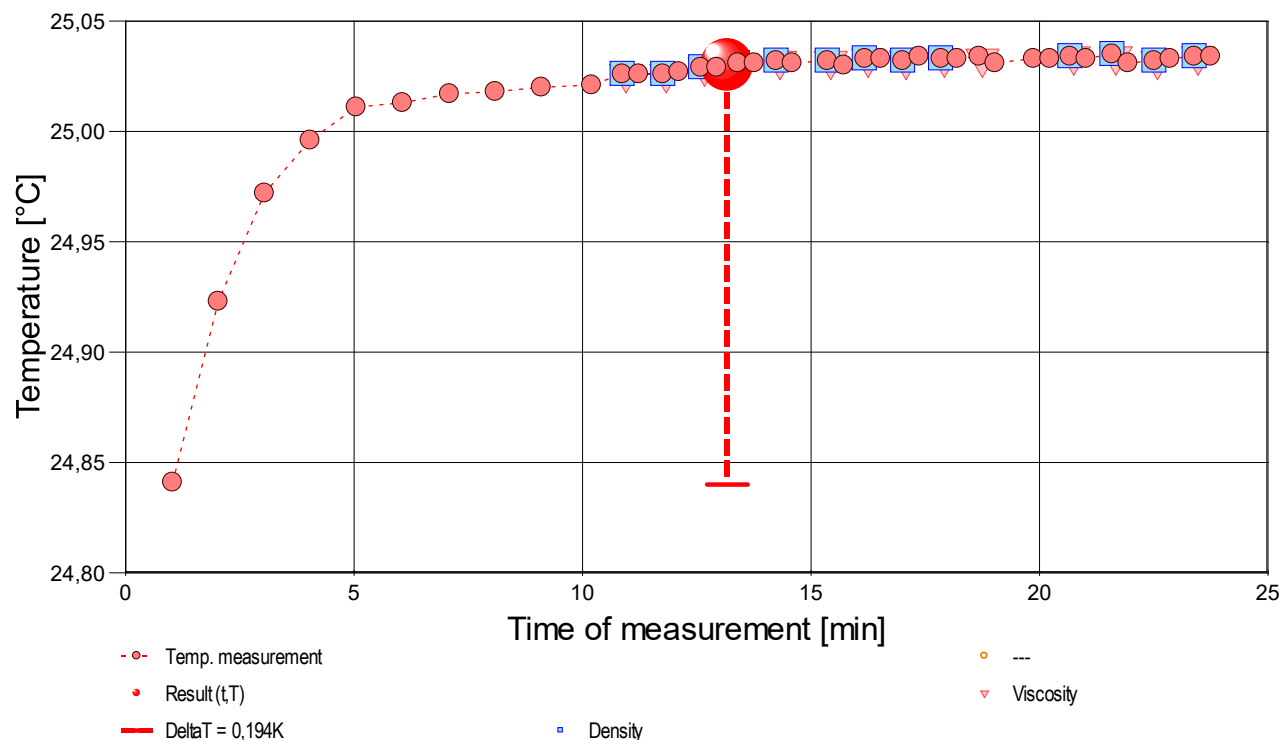
## • 1. MESSPRINZIP

Die 'DiVA'-Methode beruht auf Kraftmessungen an einem Zylinder, der sich in einem zylindrischen Messgefäß mit der Probenflüssigkeit befindet. Dabei ist der zylindrische Messkörper über eine Aufhängung mit einem Kraftsensor verbunden. Das Gefäß wird durch die Plattform vertikal bewegt und positioniert. Wird die Plattform nach unten bewegt, so fließt das Probenfluid um den stillstehenden Messzylinder durch den ringförmigen Spalt. Die lineare Strömung entlang der Messkörperoberfläche überträgt dadurch eine Kraft. Das ist die Schubspannung, die genau der Viskosität der Probe entspricht. - Eine Relativgeschwindigkeit zwischen den Zylindern fördert parallel ein exakt proportionales Probenvolumen durch den Ringspalt. Das Strömungsprofil ist durch die geometrischen Verhältnisse definiert, Geschwindigkeit, Strömung, Kraft gehorchen wie das *Hagen-Poiseuille*'sche Gesetz der *Navier-Stokes*-Gleichung. M5 DiVA ermöglicht unter Berücksichtigung von Aufhängungs- und Auftriebseffekten sowie der Strömungskinetik die sehr präzise Bestimmung der Viskosität ( $\eta$ ). Indem die Viskositätsmessung bei gleichbleibender Deformation (der Schergeschwindigkeit  $100 \text{ s}^{-1}$  kommt etwa die Bedeutung von *leichtem Pumpen, Auftragen* gleich), wie in dieser Messung, 14-Mal wiederholt ausgeführt wird, gibt die Standardabweichung der Viskosität (und der Dichte) die Wiederholpräzision an. -- Auf den Messkörper wirken stets durch die *Dichte* des Probenfluids bedingte Auftriebskräfte. Die Dichte  $\rho$  gibt als *spezifische Masse* die Stoffmenge an, die in einem Volumen vorliegt. Sie ist ebenfalls eine besonders temperaturabhängige Stoffkonstante und wird simultan mittels Auftriebswägung am ruhenden Zylinder-Messkörper bestimmt: Diese *hydrostatische Wägung* basiert darauf, dass "ein in einer Flüssigkeit untertauchender Körper (Messkörper) um den Betrag *leichter* erscheint, wie die seinem Volumen entsprechende Flüssigkeitsmenge wiegt." Damit aus der Auftriebskraft des Messkörpers die Dichte exakt berechnet werden kann, ist das Messkörpervolumen unter den jeweils vorliegenden Bedingungen entscheidend.

- Verglichen mit etablierten Rotationsviskosimeter-Techniken bietet M5 DiVA überhaupt Kohärenz, Integrität und Haltbarkeit, eine deterministische MessTechnik ohne  $\times$ Oberflächeneffekte,  $\times$ Wirbelbildung,  $\times$ Zentrifugalkräfte,  $\times$ Lagerreibung oder  $\times$ unklare Scher-historien und dazu absolut maximale Ressourceneffizienz. IMETER M5 DiVA-Resultate sind metrologisch rückführbar und kohärent mit Ergebnissen aus Referenzverfahren (Kapillarviskosimeter, Pyknometer). Vgl. Referenz M5 DiVA 'https://imeter.de/?view=article&id=73' - **Beispiele & Auftragsmessungen über 'www.imeter.de/?view=article&id=58'**

## • 2. ÜBERSICHT

Die Viskosität wurde 14-mal gemessen, die Dichte 13-mal. Messdauer 20 Minuten; Temperaturänderung im Bereich von 24,84 bis 25,04°C. - *Diagramm 1. Temperaturverlauf und Übersicht - 't/T-Protokoll'*



- Mit Diagramm 1. ('t/T-Protokoll') wird eine Übersicht gezeigt, die den Temperaturverlauf in der Messung und eine Zusammenfassung der Vorgänge anzeigt. -- Die Kreismarkierungen zeigen Temperaturmesswerte an; die blauen Quadrate stehen für Zeitpunkt und Temperaturzuordnung von Dichtemessungen, rote Winkel für Viskositätsmessungen.

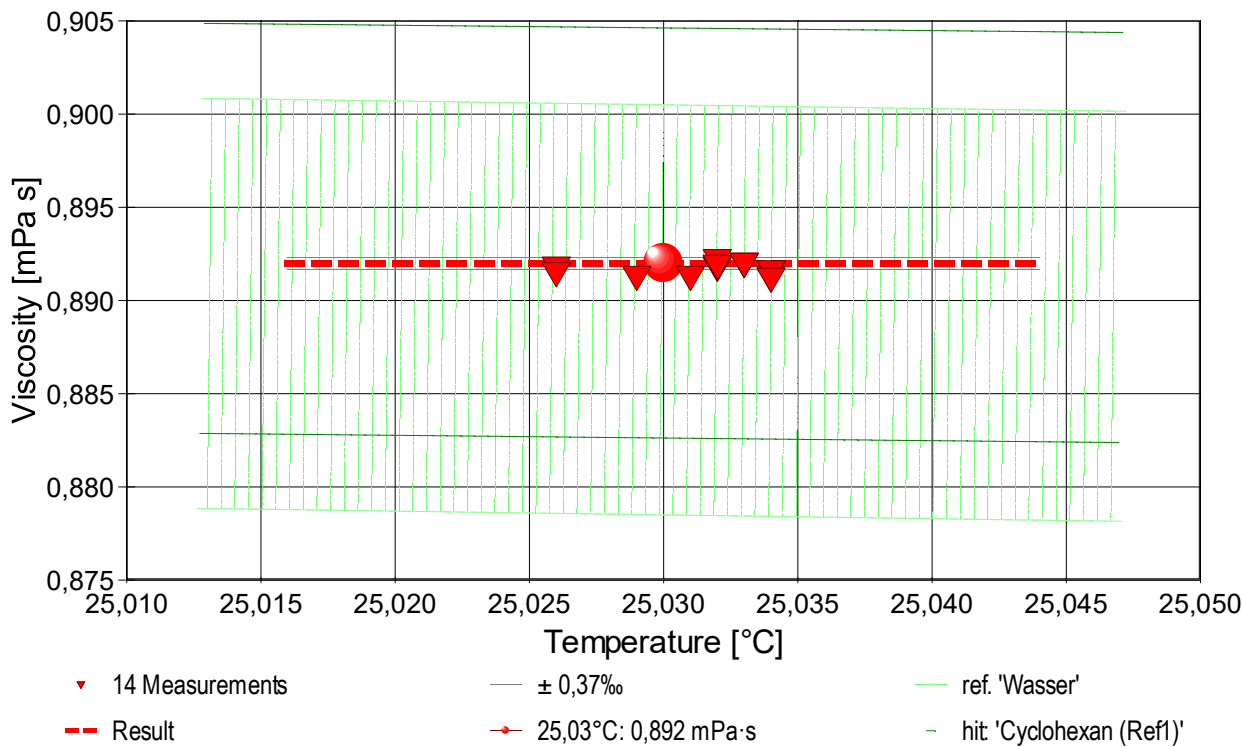
## • 3. VISKOSITÄTS - MESSUNG

14 Messwerte; Zeitbereich 11 bis 23 min, Temperatur  $\Delta T = 0,008 \text{ K}$

**Ergebnis:  $0,892 \pm 0,011 \text{ mPa}\cdot\text{s}$**  als Mittelwert

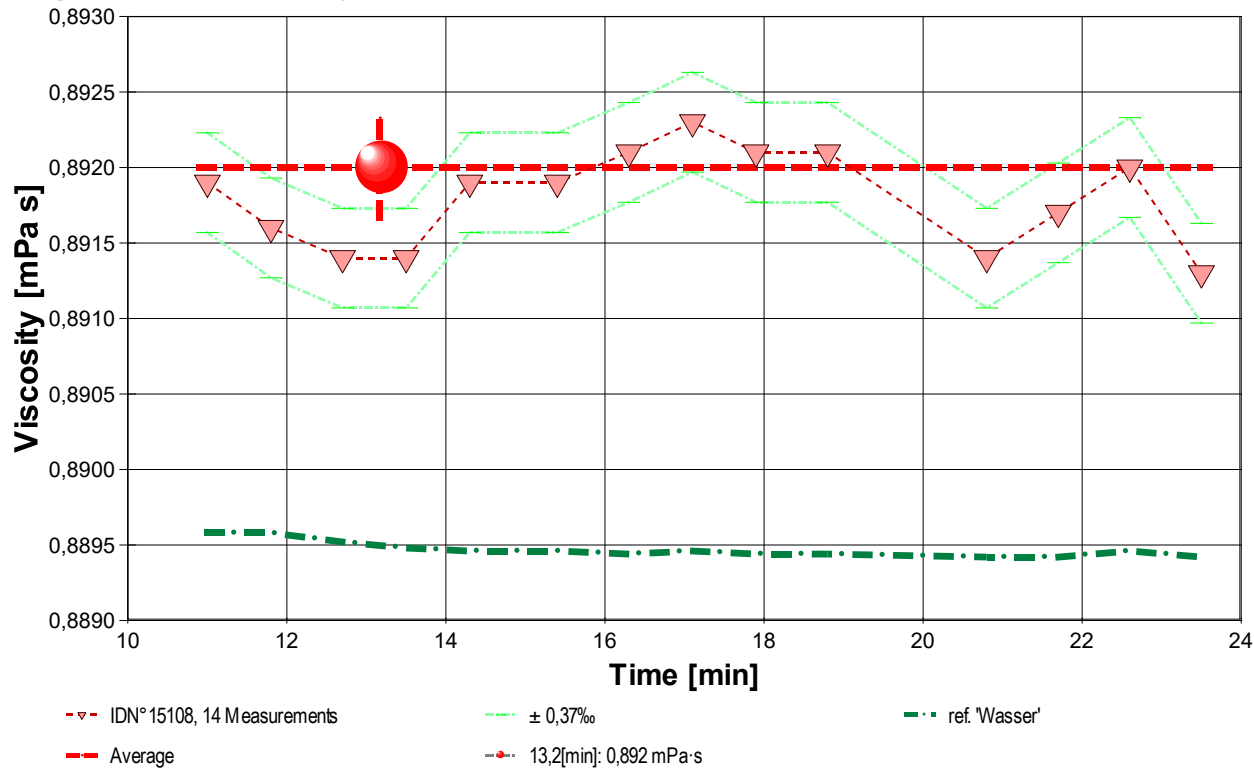
Das Streuungsmaß ' $\pm 0,00033 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ' ist erheblich geringer als der angegebene Fehlerbereich ( $\pm 0,011 \text{ mPa}\cdot\text{s}$ ).

- *Diagramm 2. Temperaturabhängigkeit der Viskosität - 'eta-Temp.'*



- Das Diagramm 2, "eta-Temp.", zeigt die 14 Viskositätsmesswerte als Dreiecke bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 25,03°C für die Wasser-Probe ist als Kugelmarke abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird zwischen den beiden feinen Linien ausgewiesen. und in der Breite der Messunsicherheit, der Verlauf der Referenzfunktion von 'Wasser-' (aus der Datenbank) und zum Vergleich der Wertebereich der ähnlich viskosen Substanz 'Cyclohexan (Ref1)'.

-> Diagramm 3. Der zeitliche Verlauf der Viskositätswerte - 'eta-Zeit'



- Im Diagramm 3, "eta-Zeit", sind die einzelnen Messwerte als Dreiecke in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Unsicherheit eingezeichnet. Referenzwerte werden zum jeweiligen Zeitpunkt temperaturgetreu dargestellt.

Tabelle 1 zeigt die wesentlichen Daten und Ergebnisse der Viskositätsmessung. Weiter unten folgen die Tabellen 2 und 3, wodurch eine vollständige Datenkollektion zu Rückverfolgbarkeit, Diagnose und Überprüfung der Sachverhalte mit diesem Report vorliegt.

Tabelle 1: Daten der Viskositätsmessung

N° IDN°15108	t [min]	θ [°C]	η [mPa·s]	v <sub>z</sub> [mm/s]	F <sub>z</sub> [mN]	τ [Pa]	v <sub>max</sub> [mm/s]	γ̇ [s <sup>-1</sup> ]	Re [Zahl]
1.	11,0	25,026	0,8919	2,422	1,6761	0,08923	19,38	100,04	22,7
2.	11,8	25,026	0,8916	2,422	1,6754	0,08919	19,38	100,04	22,8
3.	12,7	25,029	0,8914	2,422	1,6751	0,08918	19,38	100,04	22,8
4.	13,5	25,031	0,8914	2,422	1,6750	0,08918	19,38	100,04	22,8
5.	14,3	25,032	0,8919	2,422	1,6761	0,08923	19,38	100,04	22,7
6.	15,4	25,032	0,8919	2,422	1,6760	0,08923	19,38	100,04	22,7
7.	16,3	25,033	0,8921	2,422	1,6765	0,08925	19,38	100,04	22,7
8.	17,1	25,032	0,8923	2,422	1,6767	0,08927	19,38	100,05	22,7

9.	17,9	25,033	0,8921	2,422	1,6765	0,08925	19,38	100,04	22,7
10.	18,8	25,033	0,8921	2,422	1,6764	0,08925	19,38	100,04	22,7
[11.	20,0	25,033	0,8845	2,422	1,6622	0,08849	19,38	100,04	22,9]*
12.	20,8	25,034	0,8914	2,422	1,6751	0,08918	19,38	100,04	22,8
13.	21,7	25,034	0,8917	2,422	1,6757	0,08921	19,38	100,04	22,8
14.	22,6	25,032	0,8920	2,422	1,6762	0,08924	19,38	100,04	22,7
15.	23,5	25,034	0,8913	2,422	1,6749	0,08917	19,38	100,04	22,8

\*[Die Messung N° 11 wurde durch den Prüfer von der mathematischen Auswertung abgekoppelt.]

**Tabellensymbole:**  $t$  Zeitpunkt [min],  $\theta$  Temperatur [°C],  $\eta$  Messwert Viskosität [mPa·s],  $v_z$  Beweg- bzw. Relativgeschwindigkeit zwischen Messkörper und Röhre [mm/s],  $F_z$  viskositätsbedingte Kraft am Messkörper [mN],  $\tau$  Schubspannung [Pa],  $v_{max}$  maximale Strömungsgeschwindigkeit [mm/s],  $\dot{\gamma}$  Schergeschwindigkeit [s<sup>-1</sup>],  $Re$  Reynoldszahl.

- Tabelle 1 listet die wesentlichen Kennzahlen zu den einzelnen Messungen auf. Die zentrale Messgröße ist in der Spalte  $F_z$  angegeben; sie ist die 'rein-viskose' Kraft und zentrale Größe für die Berechnung der Viskosität durch die IMETER-Ringspaltgleichung. Sie wird nach Korrekturen aus der stationären Kraft ( $F_w$ ) erhalten. Berücksichtigt werden die Auftriebskräfte von Zylinder ( $F_p$ ) und Aufhängung ( $F_{hp}$ ), der geschwindigkeitsproportionale Druckverlust durch die kinetische Energie und die Reibung in der Einlaufzone des Ringspalt ( $F_\zeta$ ), die viskose Reibung der Messzylinder-Aufhängung im Medium ( $F_{h\eta}$ ), die rekursiv bestimmt wird.

Die reibungsbedingte Kraft am Messkörper ergibt sich aus  $F_z = F_w - F_p - F_{hp} - F_\zeta - F_{h\eta}$ . Die Korrekturen sind in der nächsten Tabelle aufgeschlüsselt.

Die Schubspannung  $\tau$  entspricht der rein durch die Viskosität des Mediums je Quadratmeter der Zylinderwandfläche ausgeübten Kraft.  $v_{max}$  ist die Maximalgeschwindigkeit eines Newton'schen Fluids im Ringspalt relativ zum Messzylinder. Sie ergibt sich aus der Bewegungsgeschwindigkeit und dem geometrischen Aufbau. Die mittlere Geschwindigkeit (nicht in der Tabelle ausgegeben;  $v_m = v_z \cdot r_a^2 / (r_a^2 - r_i^2)$ , mit  $r_a$  Röhrenradius und  $r_i$  Zylinderradius) wird für die Berechnung der Reynoldszahl benötigt.  $Re = \rho \cdot v_m \cdot d / \eta$ , mit der charakteristischen Länge  $d$ , die (wie bei Rohrströmungen) für den Ringspalt aus dem hydrodynamischen Radius mit  $d = 2(r_a - r_i)$  berechnet wird. Die Scherrate, Schergeschwindigkeit oder Deformation  $\dot{\gamma}$ , die für die Berechnung verwendet werden, ist berechnet als Geschwindigkeitsgradient unmittelbar an der Zylinderoberfläche.

**Tabelle 2, Detaildaten zur Viskositätsmessung I.**

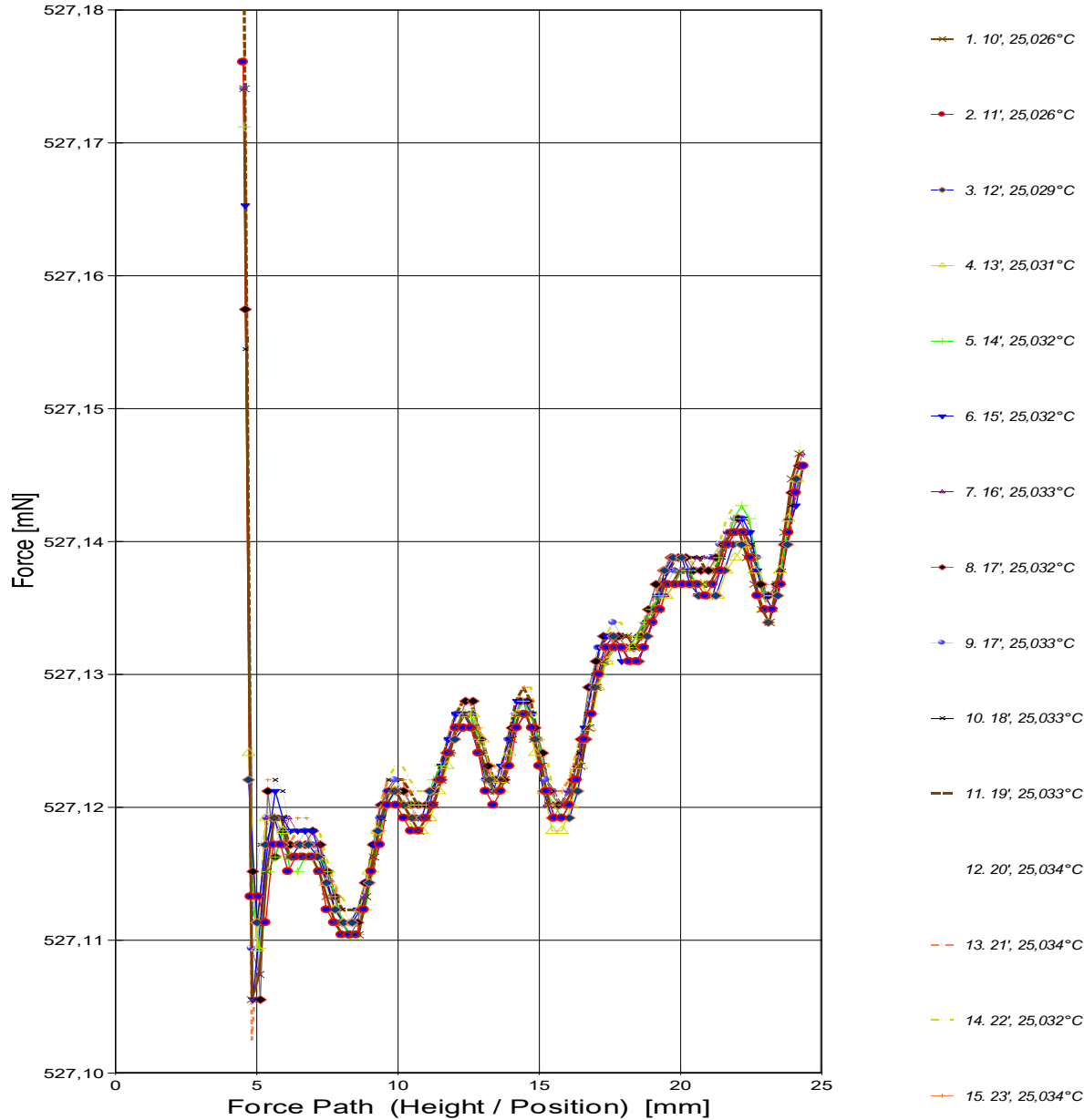
N°	$F_w$	$\sigma_{Fw}$	$\sigma_{Fw\ rel}$ -- Alle Werteinträge in [mN] --	$F_p$	$F_{hp}$	$F_\zeta$	$F_{h\eta}$	$N/n$ Datenauswahl
1.	527,1330	0,006715	13 ppm	525,4418	0,004810	0,0198	8,88E-05	35/74
2.	527,1326	0,006731	13 ppm	525,4421	0,004818	0,0198	8,89E-05	36/75
3.	527,1323	0,006768	13 ppm	525,4421	0,004798	0,0198	8,85E-05	30/64
4.	527,1322	0,006673	13 ppm	525,4421	0,004802	0,0198	8,86E-05	30/64
5.	527,1333	0,006931	13 ppm	525,4421	0,004810	0,0198	8,88E-05	36/75
6.	527,1331	0,006827	13 ppm	525,4420	0,004818	0,0198	8,89E-05	36/75
7.	527,1333	0,007079	13 ppm	525,4417	0,004810	0,0198	8,88E-05	36/75
8.	527,1339	0,006611	13 ppm	525,4421	0,004814	0,0198	8,89E-05	35/74
9.	527,1336	0,006693	13 ppm	525,4420	0,004810	0,0198	8,88E-05	36/75
10.	527,1335	0,006711	13 ppm	525,4420	0,004806	0,0198	8,87E-05	35/74
[11.	527,1336	0,006423	12 ppm	525,4563	0,004790	0,0198	8,77E-05	35/74]*
12.	527,1340	0,006879	13 ppm	525,4438	0,004818	0,0198	8,89E-05	36/75
13.	527,1339	0,006630	13 ppm	525,4431	0,004802	0,0198	8,86E-05	35/74
14.	527,1344	0,006566	12 ppm	525,4431	0,004806	0,0198	8,87E-05	36/75
15.	527,1336	0,006534	12 ppm	525,4435	0,004794	0,0198	8,84E-05	35/74

\*[Die Messung N° 11 wurde durch den Prüfer von der mathematischen Betrachtung abgekoppelt.]

**Tabellensymbole:**  $F_w$  Betrag der gemittelten stationären Kraft bei Bewegung des Zylinders [mN],  $\sigma_{Fw}$  Standardabweichung der Kraftmesswerte des stationären Bereichs [mN],  $\sigma_{Fw\ rel}$  relative Standardabweichung[-],  $F_p$  Auftriebskraft des ruhenden Zylinder inkl. Auftrieb der Suspension [mN],  $F_{hp}$  Auftriebskraft durch das tauchende Volumen der Suspension [mN],  $F_\zeta$  Term für den Druckabfall durch die Bildung des Strömungsprofils (Kinetische Energie-Korrektur) [mN],  $F_{h\eta}$  Kraftwertmittelwert infolge der Flüssigkeitsreibung an der Suspension [mN],  $N/n$  Abtastung: Anzahl verwendeter (N) und '/' Anzahl vorhandener Kraftmesswerte (n) zur Bildung von  $F_w$ .

- In der Tabelle 2 sind die Mess- und Zwischenergebnisse zur Bilanzierung der Kräfte zusammengestellt. Die dabei in Betracht gezogene Messwertauswahl ist in der letzten Spalte 'N/n' angegeben; durch den angewendeten Cutoff-Algorithmus werden Drückstöße und Pendelvorgänge besonders am Messkurvenanfang ausgeblendet (Das Diagramm 4, Force\_Path, unterhalb, zeigt eine größere Wertemenge an, als für die Berechnung verwendet wird). Neben den statischen Korrekturen ist mit  $F_\zeta$  die kinetischen Energie-Korrektur angegeben, die analog zu (Glas-) Kapillarrisosimetern mit dem Faktor  $\zeta$  der 'Hagenbach-Couette'-Korrektur entspricht:  $F_\zeta = 1/2 \cdot \rho \cdot \pi \cdot r_i^2 \cdot v_m^2 \cdot \zeta$

-> Diagramm 4. Die 'Kraft-Weg-Rohdaten' - 'Force\_Path'



- Diagramm 4, "Force\_Path", zeigt die zur Bewegung am Messkörper auftretenden Kräfte. Der Streckenbezug ('Position') gibt den Abstand der Messkörperunterseite vom Podest bzw. Gefäßboden an. -- Von den als Messkurven abgebildeten Daten wird lediglich ein zum Kurvenende hin gelegene Teilmenge zur Bestimmung der stationären Gesamtkraft ( $F_w$ ) verwendet. Abweichungen oder Kurven-Störungen betreffen die Angaben zu Noise und Messunsicherheit  $\Sigma\sigma$ . Das Gesamtvolumen im Ringspalt von 1,51 cm<sup>3</sup> wird über die Bewegungstrecke von 9,2 mm komplett ausgetauscht.

**Tabelle 3: Detaildaten zur Viskositätsmessung II.**

N°	'Noise' [μPa/mm]	H <sub>Start</sub> [mm]	L <sub>Cl</sub> [mm]	D <sub>RSP</sub> [mm]	ΔD <sub>RSP</sub> [μm]	Ø <sub>zyl.</sub> [mm]	L <sub>zyl.</sub> [mm]	Σσ [mPa·s]	Σσ <sub>rel.</sub>
1.	0,00220	4,557	19,642	0,7628	-0,00135	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
2.	0,00213	4,518	19,831	0,7628	-0,00135	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
3.	0,00225	4,707	19,376	0,7628	-0,00151	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
4.	0,00194	4,712	19,410	0,7628	-0,00161	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
5.	0,00220	4,557	19,753	0,7628	-0,00166	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
6.	0,00249	4,593	19,753	0,7628	-0,00166	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
7.	0,00200	4,555	19,756	0,7628	-0,00172	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
8.	0,00210	4,596	19,603	0,7628	-0,00166	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
9.	0,00229	4,557	19,753	0,7628	-0,00172	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
10.	0,00215	4,596	19,565	0,7628	-0,00172	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
[11.	0,00184	4,557	19,565	0,7628	-0,00172	14,4758	41,2500	0,01	1,1%]*
12.	0,00229	4,557	19,792	0,7628	-0,00177	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
13.	0,00197	4,557	19,678	0,7628	-0,00177	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
14.	0,00226	4,557	19,717	0,7628	-0,00166	14,4758	41,2500	0,01	1,1%
15.	0,00214	4,593	19,528	0,7628	-0,00177	14,4758	41,2500	0,01	1,1%

\*[Die Messung N° 11 wurde durch den Prüfer von den Resultaten ausgenommen.]

**Tabellensymbole:** **Noise** Mittelwert von Auslenkungen und höherfrequenten Lastschwankungen 'Schergradienten Fluktuation' im Kurvenzug der Messkraft bestimmt. Der Wert ist über die Geschwindigkeit und Messkörper-mantelfläche normiert [μPa/mm], **H<sub>Start</sub>** Positionshöhe des ersten Messwertes zur stationären Kraft [mm], **L<sub>Cl</sub>** Länge der Suspension, deren Flüssigkeitsreibung und Auftrieb zur Korrektur der Kraft angewendet wird [mm], **D<sub>RSP</sub>** Weite des Ringspalts zwischen Zylindermesskörper und Röhre bei der Temperatur [mm], **ΔD<sub>RSP</sub>** Änderung der Spaltweite durch Abweichung von der Bezugstemperatur 25°C [μm], **Ø<sub>zyl.</sub>** Durchmesser des Messzylinders [mm], **L<sub>zyl.</sub>** Länge des Messzylinders [mm] . **Σσ** Absolute Summe der Unsicherheitsbeiträge, die dem jeweiligen Viskositätswert beigeordnet wird [mPa·s] und **Σσ<sub>rel.</sub>** relative Unsicherheit des Viskositätsmesswertes.

- Die Spalte 'Noise' in Tabelle 3 stellt die Auswertung der 'Modulationen der stationären Kraft' aus Lastschwankung in aufeinander folgenden Kraftmesswerten im Verhältnis zur dabei zurückgelegten Bewegungstrecke dar (ΔF/Δs); Steigungen im Verlauf der Stationärkraft werden ebenfalls in 'Noise' aufsummiert und bilanziert. Die folgenden Rubriken geben gemessene und berechnete geometrische Gegebenheiten der jeweiligen Messung wieder. Die individuellen Gesamtfehlersummen werden in den beiden letzten Spalten ausgegeben; bei idealer Kalibrierung

## • 4. DICHT-MESSUNG

13 Messwerte; Zeitbereich 11 bis 23 min, Temperatur  $\Delta T = 0,009$  K

**Resultat** bei 13 min:  $\rho_{25,03^\circ\text{C}} = 0,99706 \pm 0,00009 \text{ g/cm}^3$  bzw.  $\pm 90 \text{ ppm}$  (298,18 K, 96,36 kPa)

Streuung:  $\pm 5,7 \cdot 10^{-6} \text{ g/cm}^3$  absolute bzw. 5,7 ppm relative Standardabweichung

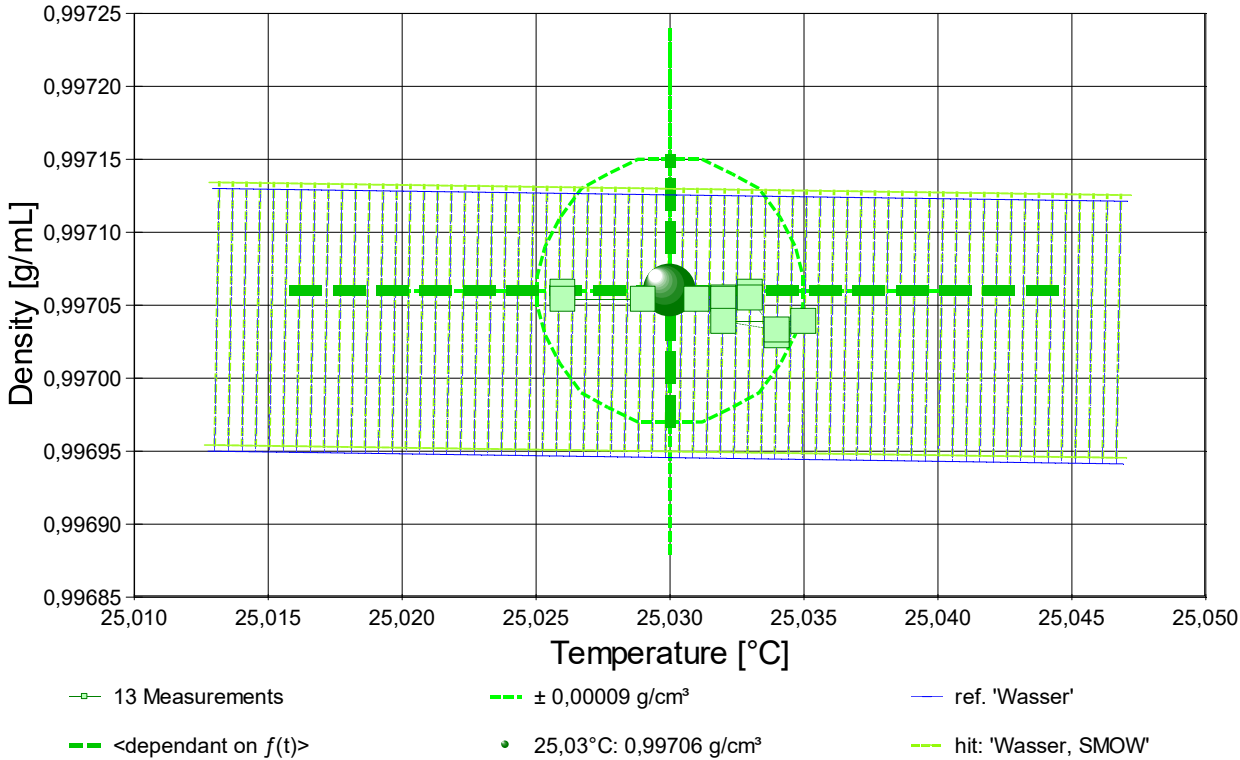
Berechnung: lineare Regressionsgleichung zeitabhängig.

Zeitabhängigkeit durch Regression zwischen Minute 11 und 23:

$$\rho(t[\text{min}]) = 0,997083 - 2,020\text{E-}6 \cdot t \text{ mit } r^2 = 0,69, s^2 = 3,30\text{E-}11$$

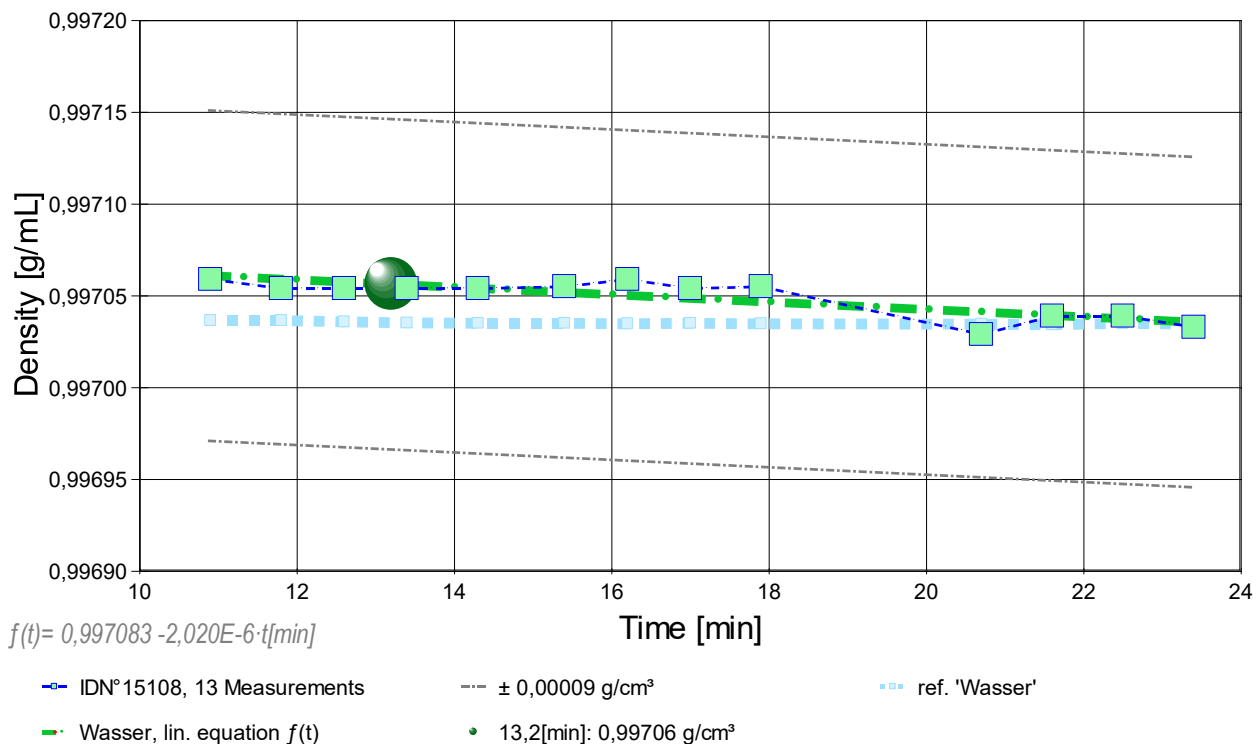
- Die Messdaten werden automatisch analysiert. Ergebnis und ermittelte Formeln stellen Vorschläge dar, wobei sich aus den Umständen der Messung ggf. andere Zusammenhänge ergeben können. Der Korrelationskoeffizient zeigt die Qualität der gegenseitigen Abhängigkeit an (wobei ' $r^2=0,69$ ' eine schlechte Korrelation anzeigt). Die Präzision zwischen den Messwerten und der Regressionsgleichung wird durch die Varianz ( $s^2$ ) der Residuen qualifiziert - die Standardabweichung ( $\sqrt{s^2}$ ) sollte deutlich kleiner als die anzunehmende Messunsicherheit sein.

- Diagramm 5. Temperaturabhängigkeit der Dichte - 'rho-Temp.'



- Das Diagramm 5, "rho-Temp.", zeigt die 13 Dichtemesswerte als Quadratsymbol bei der jeweils beigemessenen Temperatur. Der Angabewert bei 25,03°C für die Wasser-Probe ist als Kugel abgebildet; der Bereich der Messunsicherheit wird durch gestrichelte Linien ausgewiesen. In Strichbreite der Messunsicherheit ist die Referenzfunktion von 'Wasser-' (aus der Datenbank) und als Vergleich der Wertebereich der ähnlich dichten Substanz 'Wasser, SMOW' abgebildet.

- Diagramm 6. Zeitverlauf der Dichtemesswerte - 'rho-Zeit'



- Im Diagramm 6, "rho-Zeit", sind die einzelnen Messwerte als Quadrate in zeitlicher Sequenz abgebildet. Um die Ausgleichsfunktion bzw. die Messwerte ist der Bereich der Unsicherheit eingezeichnet.

**Tabelle 4: Daten der Dichtemessung**

N° IDN°15108	t [min]	θ [°C]	ρ [g/cm³]	H [mm]	ω [s]	Δρ <sub>ω</sub> [g/cm³]	N Werte & Trend	F <sub>A</sub> [mN]	F <sub>korrr.</sub> [mN], TSymb.
1.	10,9	25,026	<b>0,99706</b>	4,050	1,0	7,2E-06	1 <sub>32</sub> ⇔	525,4418	-
2.	11,8	25,026	<b>0,99705</b>	4,050	1,0	3,5E-07	1 <sub>30</sub> ↓	525,4421	-
3.	12,6	25,029	<b>0,99705</b>	4,050	1,0	3,5E-07	1 <sub>30</sub> ↓	525,4421	-
4.	13,4	25,031	<b>0,99705</b>	4,050	1,0	2,9E-06	1 <sub>30</sub> ⇔	525,4421	-
5.	14,3	25,032	<b>0,99705</b>	4,050	1,0	3,3E-07	1 <sub>31</sub> ↓	525,4421	-
6.	15,4	25,032	<b>0,99706</b>	4,050	1,0	2,9E-06	1 <sub>32</sub> ⇔	525,4420	-
7.	16,2	25,033	<b>0,99706</b>	4,050	1,0	7,2E-06	1 <sub>30</sub> ⇔	525,4417	-
8.	17,0	25,032	<b>0,99705</b>	4,050	1,0	3,5E-07	1 <sub>30</sub> ↓	525,4421	-
9.	17,9	25,033	<b>0,99705</b>	4,050	1,0	4,3E-06	1 <sub>30</sub> →	525,4420	-
[10.	19,9	25,033	<b>0,99684</b>	4,050	1,0	7,2E-06	1 <sub>29</sub>	525,4563	-]*
11.	20,7	25,034	<b>0,99703</b>	4,050	1,0	7,2E-06	1 <sub>30</sub> ↗	525,4438	-
12.	21,6	25,035	<b>0,99704</b>	4,050	1,0	2,5E-08	1 <sub>31</sub> ↓	525,4431	-
13.	22,5	25,032	<b>0,99704</b>	4,050	1,0	6,9E-08	1 <sub>30</sub> ↓	525,4431	-
14.	23,4	25,034	<b>0,99703</b>	4,050	1,0	6,9E-08	1 <sub>30</sub> ↓	525,4435	-

\*[Die Messung N° 10 wurde durch den Prüfer von der mathematischen Betrachtung abgekoppelt.]

**Tabellensymbole:** *t* Zeitpunkt [min], *θ* Temperatur [°C], *ρ* Dichte [g/cm³], *H* Positionshöhe der Messkörperunterkante über der Nullhöhe beim Dichtemesswert [mm], *ω* Beobachtungsdauer der aufgezeichneten Auftriebsmessung [s], *Δρ<sub>ω</sub>* Standardabweichung der Dichtewerte in der Beobachtungszeit [g/cm³], *N* Anzahl Auftriebsmesswerte ggf. mit Wägwertezahl und Trend anzeigenden Symbolen, *F<sub>A</sub>* Gewicht des Messkörpers in der Probe (Roh-wert der Auftriebskraft) [mN], *F<sub>korrr.</sub>* konstante Korrekturkraft [mN].

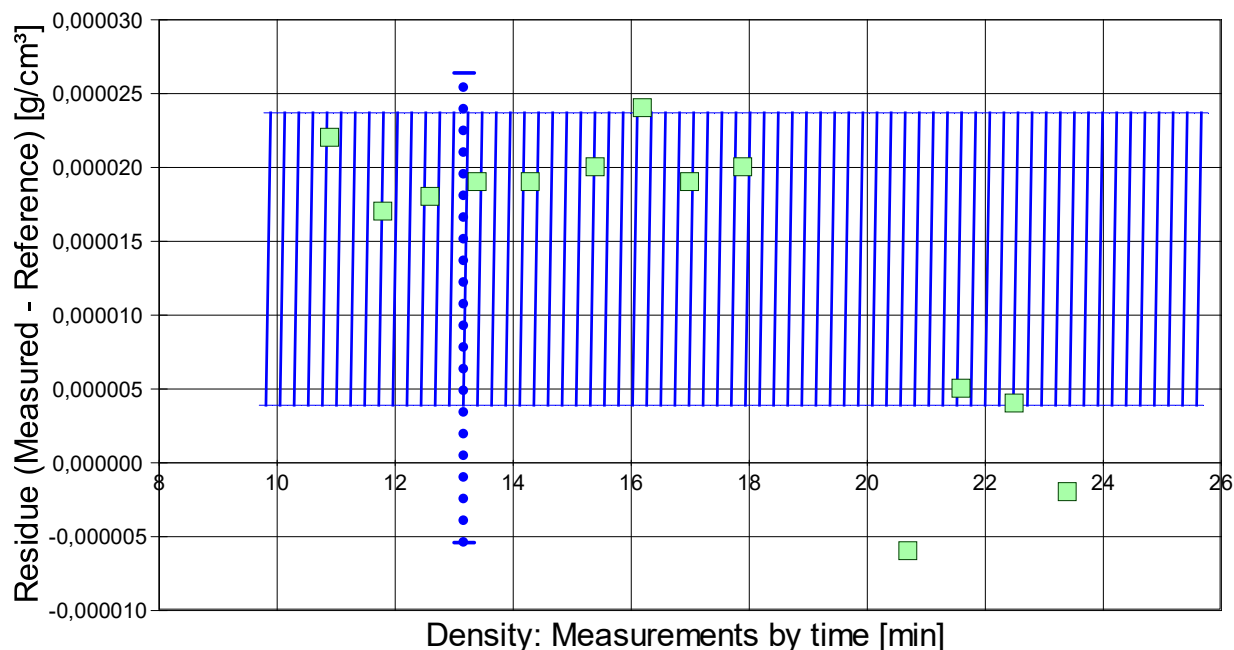
- Die 'Nullhöhe' ist die vertikale Position zu der der Messkörper just auf dem Gefäßboden oder Podest steht (*H*=0mm).

## • 5. REFERENZ VERGLEICH

Beurteilung von Viskositäts- und Dichtemessungen anhand der Residuen: Die Differenzen zwischen Messwerten und zur jeweiligen Temperatur berechneten Sollwerten des Referenzeintrags *Wasser* wird in den Diagrammen unten dargestellt. Die Abbildung der Differenzwerte entspricht der zeitlichen Abfolge der Messwerte. Unterhalb zeigt eine tabellarische Aufstellung den Vergleich zum angegebenen Ergebnis; dieser folgt eine Liste mit Stoffnamen aus der Datenbank mit vergleichbaren Werten.

- **VORSICHT** Die Bedeutung des automatischen Vergleichs mit jeweiligen Referenzwerten ist völlig von der Richtigkeit und Präzision der hinterlegten Stoffdaten abhängig. - *Diagramm 6.*

Referenzabweichung der Dichtemesswerte - 'rho-Residuen'

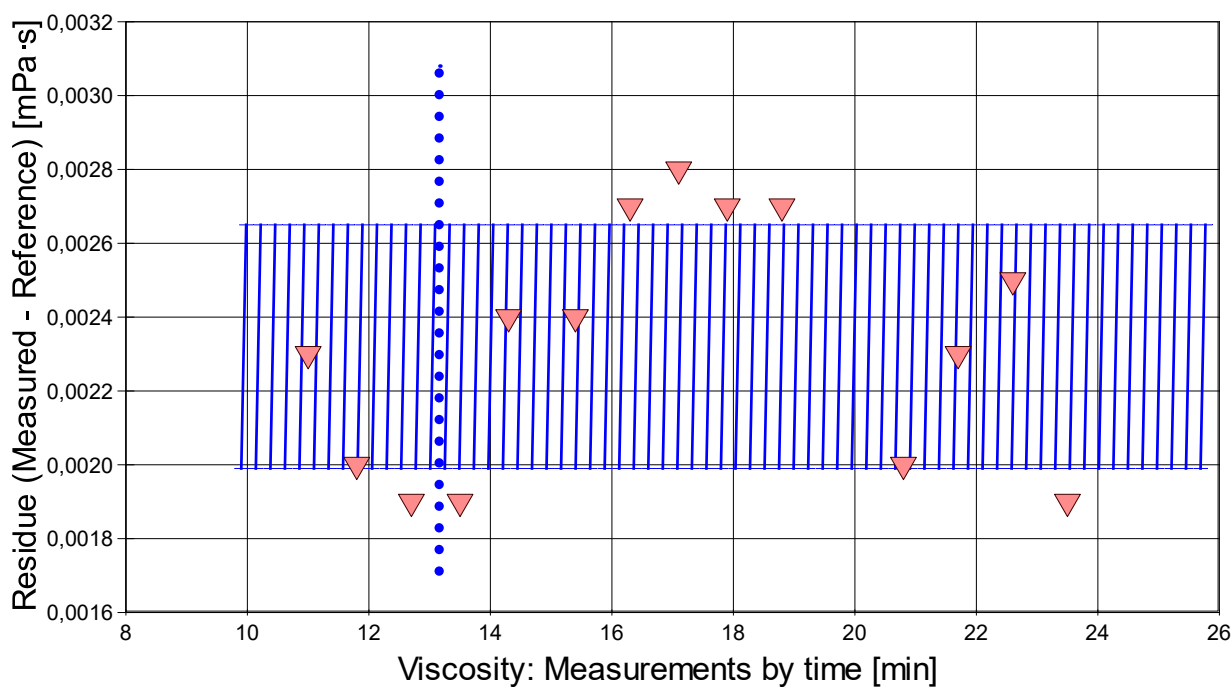


Reference values for 'Wasser' acc. to  $f(T[°C]) = (99983.952 + 1695.2577 \cdot T - 0.79905127 \cdot T^2 - 4.6241757E-3 \cdot T^3 + 1.0584601E-5 \cdot T^4 - 2.8103006E-8 \cdot T^5) / (1e5 + 1688.7236 \cdot T)$

Mean and Standarddev. of Residuals:  $1,38E-05 \pm 9,9E-06$  g/cm³, relative: +14 ppm at a spread of 9,9 ppm

- Das Chart N°7, "rho-Residuen", zeigt temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Dichtemesswerte zum jeweiligen Wert des 'besten Treffers' in der zeitlichen Sequenz der Messung. In der Diagrammunterschrift ist die Berechnungsfunktion der Referenzwerte angegeben sowie das mittlere Residuum und die Standardabweichung der Residuen, die im Diagramm schraffiert eingezeichnet ist.

- *Diagramm 7. Referenzabweichung der Viskositätsmesswerte - 'eta-Residuen'*



Reference values for 'Wasser' acc. to  $f(T[^\circ\text{C}])=37.1941 \cdot \text{EXP}(1.35960\text{E}+11/(273.15+T)^4 - 1.44585\text{E}+09/(273.15+T)^3 + 6.04736\text{E}+06/(273.15+T)^2 - 1.02607\text{E}+04/(273.15+T))$   
 Mean and Standarddev. of Residuals: 0,00232  $\pm$  3,3E-04 mPa·s, relative: +0,26% at a spread of 0,37‰

- Das Chart N°8, "eta-Residuen", zeigt temperaturkompensierte Abweichungen der einzelnen Viskositätsmesswerte zum jeweiligen Wert des 'besten Treffers' in der zeitlichen Sequenz der Messung. In der Diagrammunterschrift ist die Berechnungsfunktion der Referenzwerte angegeben sowie das mittlere Residuum und die Standardabweichung der Residuen, die im Diagramm schraffiert eingezeichnet ist.

### • 5.1 Ergebnisvergleich mit der Referenz Wasser bei 25,03°C

	Referenz	Messung	$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$\Delta / u$
$\rho$	0,99704	0,99706	+0,00002 g/cm <sup>3</sup>	20 ppm	@

Referenzdatenbank liefert für  $\rho$  mit **Wasser, SMOW**, 0,997040 g/cm<sup>3</sup>, einen, präzisen, genauer passenden Vergleichswert. Der Unterschied zum Messwert beträgt absolut 0,00002 g/cm<sup>3</sup>.

	Referenz	Messung	$\Delta$ absolut	$\Delta$ relativ	$\Delta / u$
$\eta$	0,890	0,892	+0,002 mPa·s	0,2%	@
$-\Delta\eta/\Delta T$	0,020	0,000	-0,020 mPa·s·K <sup>-1</sup>	100%	

Referenzdatenbank liefert für  $\eta$  mit **Cyclohexan (Ref1)**, 0,894 mPa·s, einen ähnlichen, präzisen, Vergleichswert. Der Unterschied zum Messwert beträgt hier 0,002 mPa·s. - Der Ergebnisvergleich mit den Angaben, die in der Referenzdatenbank zu 'WASSER' gefunden wurden, stellt die Werteübereinstimmung dar. Der Unterschied wird als absolute Differenz "Probenmesswert minus Referenzwert" und als relative Abweichung angegeben. Das Symbol  $\eta$  steht für die Messgröße,  $-\Delta\eta/\Delta T$  für die absolute Änderung bei einem Grad Temperaturabnahme (bei 25,03°C); die Zahl zu " $\Delta u$ " gibt ggf. an, um welchen Faktor die absolute Differenz von Mess- und Referenzwert größer ist als die angenommene Messunsicherheit. Das Zeichen "@" bringt zum Ausdruck, dass bei der Messgröße kein signifikanter Unterschied zwischen Mess- und Referenzwert auftritt. Die Aussagekraft von " $\Delta u$ " hängt stark davon ab, ob ein hinreichend großes Temperaturintervall durchmessen wird - was hier evtl. nicht der Fall ist.

### • 5.2. Referenzwerte zu Dichte und Viskosität

--- DICHTE --- REFERENZEN	(g/cm <sup>3</sup> )	ABWEICHUNG	REF. ID
1. Wasser, SMOW <sup>1</sup>	0,997040	-20 ppm	ID1392.5
2. Water, SMOW <sup>1</sup>	0,9970398	-20 ppm	ID1254.8
3. Water P&M <sup>1</sup>	0,9970382	-20 ppm	ID1438.7
4. Water (Augsburg, air-free) <sup>1</sup>	0,997037	-20 ppm	ID1253.1
5. Wasser <sup>1</sup>	0,9970356	-20 ppm	ID136.3
6. TEGO Polyether <sup>1</sup>	1,00497	+0,79%	ID1009.3
7. Liquor cerebrospinalis <sup>2</sup>	1,007 (25°C)	+1,00%	ID1278.2
8. Toluol <sup>1</sup>	0,862170	-14%	ID1422.0

--- VISKOSITÄT ---	(mPa·s)	ABWEICHUNG	REF. ID
1. Cyclohexan (Ref1) <sup>1</sup>	0,894	+0,22%	ID146.3
2. Cyclohexan <sup>1</sup>	0,894	+0,22%	ID1168.2
3. 1BW-SNr.31 <sup>1</sup>	0,8900	-0,22%	ID1160.6
4. Wasser <sup>1</sup>	0,8895	-0,34%	ID1174.3
5. Water (10-100°C) <sup>1</sup>	0,8894	-0,34%	ID5.4
6. Wasser (40-100°C) <sup>1</sup>	0,889	-0,34%	ID1173.5
7. Cyclohexan <sup>1</sup>	0,896	+0,45%	ID1163.3
8. DKD1 <sup>1</sup>	0,870	-2,5%	ID1038.4

<sup>1</sup>Wert für 25,0°C berechnet. Stoffdaten nur aus dem Referenzdatenbestand Die Liste wird in fallender Reihenfolge der Übereinstimmung aus den besten Treffern in den Einträgen der Referenzdatenbank generiert. Die Vergleichsdaten werden in der Präzision der jeweiligen Eintragsangabe formatiert und die relative Abweichung zum Angabewert der Messung angegeben.

## • 6. ANGABEN ZUR KONFIGURATION

a). **Messkörper:** Name *IStahl14.5/PA-C*, b). IdentN° 7025, c). Spaltweite 0,763 mm.

d). **Mess- und Auswertungsverfahren:** Standard. e). Konfigurationstyp DiVA-B (II+).

f). **Messkörperdaten:** Messzylindermasse  $54,1632 \pm 0,0002$  g, ~volumen  $6,914706 \pm 6,2E-4$  cm<sup>3</sup>, ~durchmesser  $14,4758 \pm 0,01$  mm, ~länge  $41,25 \pm 0,01$  mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient  $43,651 \cdot 10^{-6}K^{-1}$ . Nicht tauchendes Gewicht am Messzylinder (Lastträger, Haltekonus) 6,2990 g. g). **Messzylindersuspension:** Querschnitt 0,021 mm<sup>2</sup>, Umfang 0,515 mm, h). **Aufhängungsart:** fixierte Verbindung.

i). **Behälter/Röhre:** Durchmesser  $16,0015 \pm 0,005$  mm, ~kub. Ausdehnungskoeffizient  $20 \cdot 10^{-6}K^{-1}$ .

j). **Bezugstemperatur:** für Abmessungen und Ausdehnungskoeffizienten 25°C.

k). **Kinetische Energie:** Faktor Zeta:  $\zeta = 1,358$ .

**Individuelle Werte:** l). Höhe der Flüssigkeitssäule über der Nulllage: 65,6 mm, max. Bewegungstrecke in der Phase: 24,3 mm.

m). **Messunsicherheiten des Ergebnisses:** Die Unsicherheit der Viskositätsangabe wurde aus dem Mittelwert der relativen Messunsicherheiten der Einzelmessungen zu 1,1% bestimmt; die n). Messunsicherheit der Dichte  $\pm 0,00009$  g/cm<sup>3</sup> stammt von oben genannten Unsicherheitsangaben zu Messkörpervolumen und -masse sowie von den gegebenen Spezifikationen zur Kraft- und Temperaturmessung.

- **Die Messunsicherheit** des einzelnen Viskositätsmesswertes wird aus den folgenden Unsicherheitsquellen bestimmt: 1.: der geometrischen Toleranzangaben zu Messkörperdurchmesser, 2.: zur Länge und 3.: zum Radius des Gefäßes. Individuell aus 4.: der Standardabweichung der Messkraft ( $\sigma_{F1/2}$ ), 5.: der Exzentrizität pauschal zu 0.5% (v.M.), 6.: der Unsicherheit der Kalibrierung zu 0.5% (v.M.), 7.: der Geschwindigkeitsangabe zu 0.1%, 8.: pro Grad Temperaturmessunsicherheit werden 5% (v.M.) angesetzt. - Die Gesamtunsicherheiten einer Messung wird aus der Wurzel der Quadratesumme der Einzelunsicherheiten berechnet; diese sind summarisch zu jeder Einzelmessung angegeben in der Spalte  $\sigma_{\eta}$  von Tabelle 3, Detaildaten zur Viskositätsmessung II., und in den jeweiligen Diagrammen eingezeichnet.

**Temperaturangaben** beziehen sich auf die Skala der ITS-90. **Standardabweichungen:** Verschiedentlich werden Regressionsfunktionen mit Standardabweichungen bzw. Varianzen qualifiziert. Diese Angaben werden berechnet aus der Summe der Quadrate der Abweichungen der Einzelwerte zu jeweils berechneten Funktionswerten dividiert durch die Anzahl der Werte weniger 1. Sofern nicht anders bezeichnet, werden für  $\pm$ (Standardmess-)Unsicherheiten einfache Standardabweichungen - ohne Erweiterungsfaktoren - angegeben, d.h. die Überdeckung betrifft 67% der Werte.

## Programm

Data created during execution of the IMPro "DiVA-B1a", type 5/0. Automatic self-repetition of the IMPro - the 3. Repetition. IMPro finished as projected.

(the digital twin of process IDN°15108 provides on demand reports with more details, audit-log protocol and structured raw data)

## Prüfmittel

Das Wägesystem (WZA224) wurde 1,8 Stunden vor dieser Messung von *Labor* justiert.

**IMETER ID23903733: Technische Daten:** Auflösung des Wägesystems 0,1 mg, Messunsicherheit (Linearität) 0,2 mg, Dichte der Justiermasse  $\rho_{cal}$  8,000 g/cm<sup>3</sup>, Luftdichte  $\rho_{air}$  vgl. Tabelle unten; Schwerebeschleunigung  $g$  9,80769 m/s<sup>2</sup>. Pt100-Temperaturmessung: Auflösung 0,001[K], Messunsicherheit  $\pm 0,01$ [K], R° 100,0018[Ohm], AutoCal 60[min] (BN° 3, -10/100°C, 4S, FS15, Offset: -0,0361). Die Messauflösung der sekundären Temperaturmessung beträgt 0,01 K, die Unsicherheit 0,03 K. Akquisitions-Softwareversion IMETER 7.0.55, LizenzN° \*3037-4759\*, W. 6.2- Betriebssystem auf PC Ser.N°6995684 (C, SSD).

### Meteorologische Angaben, Luftdichte:

Time [min]	$\phi$ [%]	$T_a$ [°C]	$p_a$ [kPa]	$\rho_{air}$ [kg/m <sup>3</sup> ]
10,2	55,12	22,53	95,97	1,12437
14,8	55,75	22,56	95,962	1,12407
19,2	56,12	22,59	95,957	1,12381

Obige Zusammenstellung gibt die Aufzeichnung der Atmosphärendaten für den Aufstellort wieder; darin bedeuten  $\phi$  relative Luftfeuchte (r.H.),  $T_a$  Lufttemperatur und  $p_a$  absoluter Luftdruck,  $\rho_{air}$  die Luftdichte; Die Luftdichte wird dabei aus den Druck-, Temperatur- und Luftfeuchtwerten berechnet.

### Kommentar/Bewertung/Interpretation:

**"Mittelwertsmessung" - Die Wasserprobe wurden doppeldestilliert in einem versiegelten Gefäß aufbewahrt und zur Messung geöffnet und schnellstens gemessen (eben hier).**

"Nachtägliche Anmerkungen" sind Anmerkungen, die nach Abschluss des Messablaufs angefügt wurden.